

POWERED BY **Dialog**

Long-lasting broad spectrum herbicide compsn. - contg. mixt. of novel N-substd. chloroacetanilide and pyrazole deriv

Patent Assignee: NISSAN CHEM IND LTD; TOKUYAMA SODA KK

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 61148105	A	19860705	JP 84270461	A	19841221	198633	B

Priority Applications (Number Kind Date): JP 84270461 A (19841221)

Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
JP 61148105	A		18		

Abstract:

JP 61148105 A

Herbicide compsn. contains a mixt. of N-substd.-chloroacetanilide of formula (I) (A = halogen or 1-3C alkoxy; R1 and R2 are independently halogen or 1-3C alkyl) and pyrazole deriv. of formula (II) (Y = lower alkylene; each X is independently halogen, nitro or 1-4C alkyl; and n = 0 or 1-3).

(I) can be prepd. by reacting a cpd. of formula (III) with chloroacetyl halide in the presence of acid binder such as trimethylamine and sodium carbonate. The reaction temp. is -20 to 150 deg.C, pref. 0-120 deg.C. The active mixt. is used at 0.1-200 g, pref. 0.5-50 g per are.

ADVANTAGE - Phytotoxicity of (I) can be reduced by addn. of (II). The compsn. is safe for rice and shows long lasting herbicidal effect. (18pp Dwg.No.0/0)

Derwent World Patents Index

© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 4712742

OK 32

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-148105

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)7月5日

A 01 N 43/56
 //(A 01 N 43/56
 43:10)

7215-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全18頁)

⑮ 発明の名称 除草剤組成物

⑯ 特 願 昭59-270461

⑰ 出 願 昭59(1984)12月21日

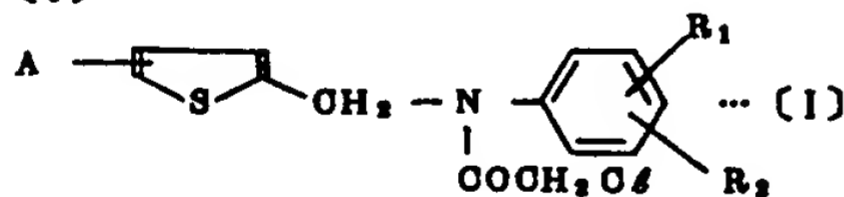
⑱ 発 明 者 加 藤 祥 三 藤沢市遠藤2051 徳山曹達株式会社藤沢研究所内
 ⑱ 発 明 者 猪 飼 隆 埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470 日産化学工業株式会
 社生物化学研究所内
 ⑱ 発 明 者 鈴 木 宏 一 埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470 日産化学工業株式会
 社生物化学研究所内
 ⑱ 発 明 者 小 笠 原 勝 藤沢市遠藤2051 徳山曹達株式会社藤沢研究所内
 ⑲ 出 願 人 徳山曹達株式会社 徳山市御影町1番1号
 ⑲ 出 願 人 日産化学工業株式会社 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1
 ⑳ 代 理 人 弁理士 高 月 亨

明 細 書

1. 発明の名称 除草剤組成物

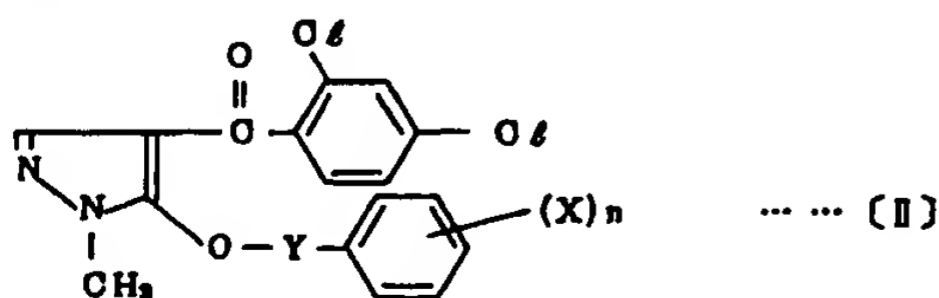
2. 特許請求の範囲

一般式(I)



(但し、Aはハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルコキシ基を示し、R₁及びR₂は同種又は異種のハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルキル基を示す)で示されるN-置換-クロロアセトアニリドの一種又は二種以上と、

一般式(II)



(但し、Yは低級アルキレン基を示し、Xは同種又は異種のハロゲン原子、ニトロ基又は炭素原子数1～4のアルキル基を示し、nは0又は1～3

の整数を示す)で示されるピラゾール誘導体の一種又は二種以上

とからなる除草剤組成物。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は水田用又は畑作用除草剤として有効な除草剤組成物を提供する。

(従来技術及び発明が解決しようとする問題点)

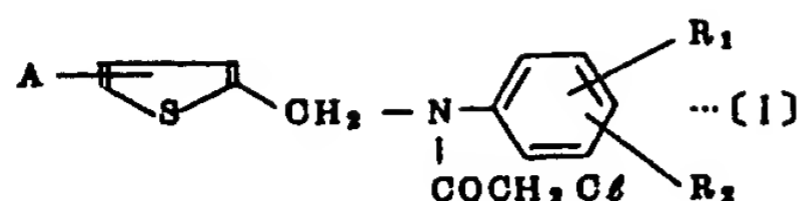
従来除草活性を有する種々の化合物が発見され提案されてきた。そして、より少量の有効成分の使用量でより除草活性を示す化合物の開発が要望されて来た。

本発明者等は優れた除草活性を有する新規な除草剤を既に数種提案して来た。その後更に除草活性の優れた除草剤の開発研究をすすめて来た結果、特定の化合物を組合せて使用することによりこれらの各単独の使用に比べてより除草活性が優れた除草剤となる混合組成物を見出し、ここに提案するに至った。

〔問題を解決するための手段〕

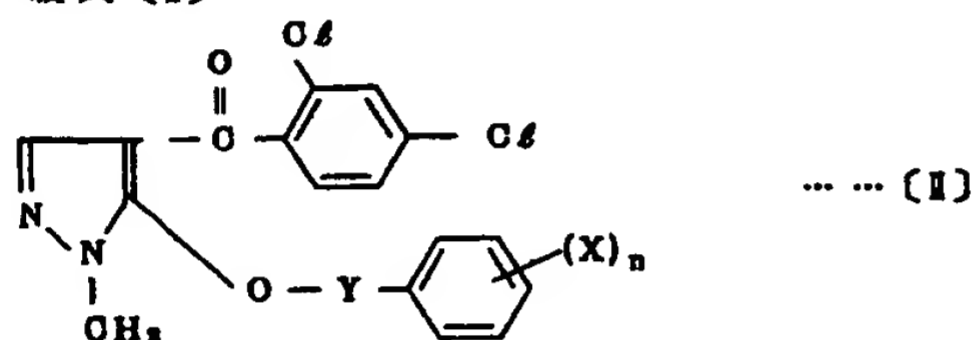
本発明は、

一般式〔I〕



(但し、Aはハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルコキシ基を示し、R₁及びR₂は同種又は異種のハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルキル基を示す)で示されるN-置換-クロロアセトアニリドの一種又は二種以上と、

一般式〔II〕



(但し、Yは低級アルキレン基を示し、Xは同種又は異種のハロゲン原子、ニトロ基又は炭素原子数1～4のアルキル基を示し、nは0又は1～3

用される。更にまた上記一般式〔I〕中、R₁及びR₂のアルキル基はメチル基、エチル基、プロピル基等の炭素原子数1～3のものが特に限定されず使用される。

本発明の前記一般式〔I〕で示される化合物は新規な化合物で、その構造は、次の手段によって確認することができる。

(i) 赤外吸収スペクトル(IR)を測定することにより、3150～2800 cm⁻¹付近にOH結合に基づく吸収、1680～1670 cm⁻¹付近にアミド基のカルボニル結合に基づく特性吸収を観察することができる。

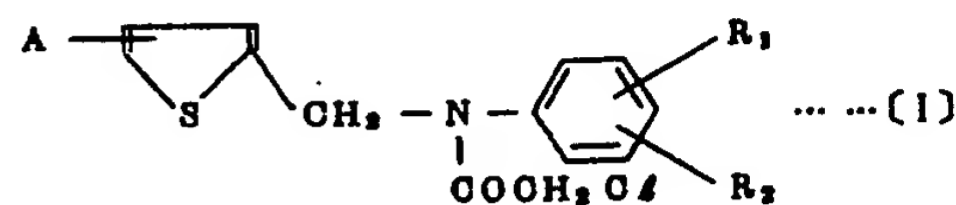
(ii) 質量スペクトル(m/e)を測定し、観察される各ピーク(一般にはイオン質量数mをイオンの荷電数zで除したm/zで表わされる値)に相当する組成式を算出することにより、測定に供した化合物の分子量ならびに該分子内における各原子団の結合様式を知ることが出来る。すなわち、測定に供した試料を一般式

の整数を示す)で示されるピラゾール誘導体の一種又は二種以上

とからなる除草剤組成物である。

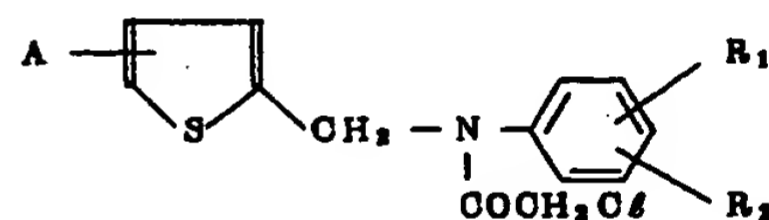
本発明を構成する除草剤成分の1つは、

一般式〔I〕



(但し、Aはハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルコキシ基を示し、R₁及びR₂は同種又は異種のハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルキル基を示す)で示されるN-置換-クロロアセトアニリドである。

上記一般式〔I〕中、A、R₁及びR₂で示されるハロゲン原子としては塩素、臭素、フッ素、ヨウ素の各原子が特に塩素原子、臭素原子が好適に使用される。また上記一般式〔I〕中、Aのアルコキシ基はメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等の炭素原子数1～3のものが特に限定されず使

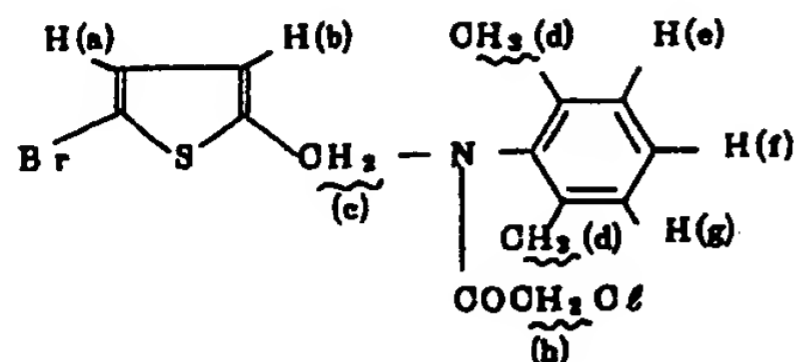


で表わした場合、一般に分子イオンピーク(以下M⁺と略記する)が分子中に含有されるハロゲン原子の個数に応じて同位体存在比に従った強度比で観察されるため、測定に供した化合物の分子量を決定することが出来る。さらに前記一般式で示される本発明の化合物については、M⁺-Cl、M⁺-OOH₂Cl及びA-C₂H₄S-OH₂⁺に相当する

特徴的な強いピークが観察され、該分子の結合様式を知ることが出来る。

(iii) ¹H-核磁気共鳴スペクトル(¹H-nmr)を測定することにより、前記一般式で表わされる本発明の化合物中に存在する水素原子の結合様式を知ることが出来る。前記一般式〔I〕で示される化合物の¹H-nmr(δ, ppm:テトラメチルシラン基準、重クロロホルム溶媒中)の代表例とし

て、N-(2-(5'-ブロム)-チエニルメチル)-N-クロロアセト-2,6-ジメチルアニリドについて¹H-nmrの解析結果を示すと次のとおりである。

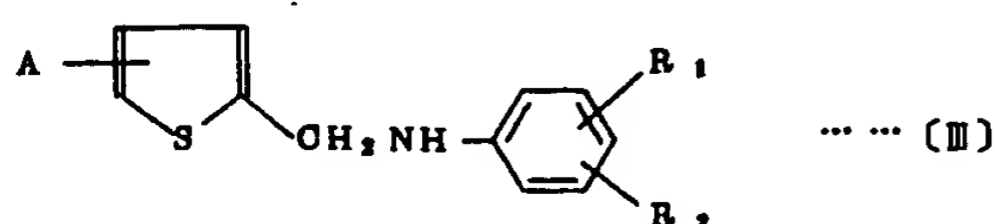


すなわち、2.0 ppm にプロトン6個分に相当する一重線が認められ、フェニル基の2及び6位に置換したメチル基(d)によるものと帰属できる。3.66 ppm にプロトン2個分に相当する一重線が認められ、クロロアセチル基中のメチレン基(h)によるものと帰属できる。4.75 ppm にプロトン2個分に相当する一重線が認められ、メチレン基(c)によるものと帰属できる。6.67 ppm にプロトン2個分に相当する四重線が認められ、チオフェン環に置換したプロトン(a), (b)によるものと

ロアセトアニリドは、前記一般式中のA, R₁及びR₂の種類によってその性状が多少異なるが、一般に常温常圧においては淡黄色または黄色の粘稠液体または固体であり、極めて高沸点を有するものが多い。具体的には後述する実施例に示すが、上記化合物は一般の有機化合物と同じように分子量が大きくなる程沸点が高くなる傾向がある。本発明の化合物は、ベンゼン、エーテル、アルコール、クロロホルム、四塩化炭素、アセトニトリル、N,N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシドなどの一般有機溶媒に可溶であるが、水にはほとんど溶けない。

本発明の前記一般式〔I〕で示される化合物の製造方法は特に限定されるものではない。具体例は後述する実施例に詳述するが、代表的な製造方法を記述すれば以下のようになる。

一般式



帰属できる。6.95～7.30 ppm にプロトン3個分に相当する多重線が認められ、フェニル基に置換したプロトン(e), (f), (g)によるものと帰属できる。

前述の一般式〔I〕で示される化合物の¹H-nmrの特徴を総括すると、クロロアセチル基のメチレンプロトンは、通常3.6～3.8 ppm 付近に一重線で、アミノメチレン基のメチレンプロトンは4.8 ppm 付近に一重線で(但し、アニリン側の2,6位が非対称的に置換基が存在する場合には二重線となって現われる場合がある)、チオフェン環側のプロトンは5.8～7.4 ppm に、ベンゼン側のプロトンは6.0～7.7 ppm に特徴的にピークを示す傾向がある。

(二) 元素分析によって炭素、水素、窒素、イオウ及びハロゲンの各重量多を求め、さらに認知された各元素の重量多の和を100から減じることにより、酸素の重量多を算出することが出来、従って、該化合物の組成式を決定することができる。

前記のN-(2-チエニルメチル)-N-クロ

(但し、Aはハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルコキシ基を示し、R₁及びR₂はそれぞれ同種または異種のハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルキル基を示す。)で表わされる化合物と、一般式O₂CH₂OOZ (但し、Zはハロゲン原子を示す。)で表わされるクロロアセチルハロゲンイドとを反応させることによって、前記一般式〔I〕で表わされる化合物を得ることができる。

原料となる前記一般式〔II〕で表わされるアニリン誘導体は如何なる方法で得られたものでも使用出来る。前記一般式〔II〕で表わされる化合物とクロロアセチルハロゲンイドとの反応において、両化合物の仕込みモル比は必要に応じて適宜決定すればよいが、通常等モルもしくはクロロアセチルハロゲンイドをやや過剰モルを使用するのが一般的である。また前記反応においてはハロゲン化水素が副生する。このハロゲン化水素は反応系内で一般式〔II〕で表わされる化合物と反応し、生成物の収率を低下させる原因となるので、通常は反応系内にハロゲン化水素捕捉剤を共存させることが好ま

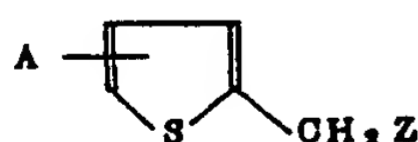
しい。該ハロゲン化水素の捕捉剤は特に限定されず公知のものを使用することが出来る。一般に好適に使用される該捕捉剤としてトリメチルアミン、トリエチルアミン、トリプロピルアミン等のトリアルキルアミン；ピリジン；ナトリウムアルコール；炭酸ナトリウム等が挙げられる。

前記反応に際しては一般に有機溶媒を用いるのが好ましい。該溶媒として好適に使用されるものを例示すれば、ベンゼン、トルエン、キシレン、ヘキサン、ヘプタン、石油エーテル、クロロホルム、塩化メチレン、塩化エチレン等の脂肪族または芳香族の炭化水素類あるいはハロゲン化炭化水素類；ジエチルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類；アセトニトリルなどのニトリル類；N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジエチルホルムアミド等のN, N-ジアルキルアミド類；ジメチルスルホキシド等が挙げられる。

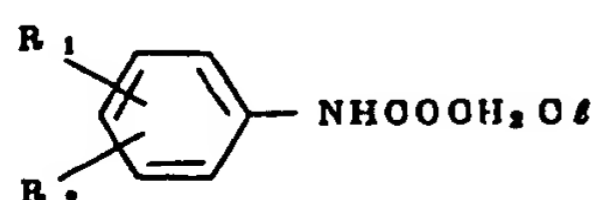
前記反応における原料の添加順序は特に限定さ

捕捉剤とから生成する塩及び高分子量化合物を分離する。該ベンゼン層については、芒硝、塩化カルシウム等の乾燥剤で乾燥した後、ベンゼンを留去し、残渣を真空蒸留することによって目的物を取得する。真空蒸留により単離精製する他クロマトグラフィーによる精製、あるいは生成物が固体である場合にはヘキサン等の溶媒から再結晶することにより精製することも出来る。

さらにまた、一般式



(但し、Aはハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルコキシ基、Zはハロゲン原子を示す。)で表わされる化合物と、一般式



(但し、R₁及びR₂は同種又は異種のハロゲン原子又は炭素原子数1～3のアルキル基を示す。)で表わ

れないが、一般には溶媒に前記一般式(Ⅲ)で示される化合物を溶解して反応器に仕込み溶媒に溶解したクロロアセチルハロゲニドを攪拌下に添加するのがよい。勿論連続的に反応系に原料を添加し生成した反応物を連続的に該反応系から取出すことも出来る。

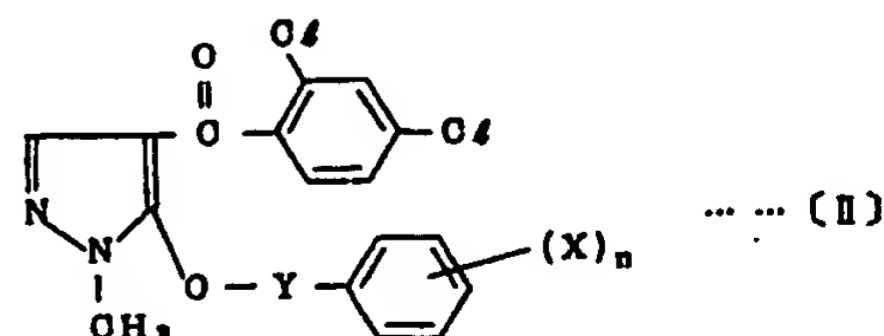
前記反応系における温度は広い範囲から選択出来、一般には-20℃～150℃好ましくは0℃～120℃の範囲から選べば十分である。反応時間は原料の種類によってもちがいが、通常5分～10日間、好ましくは1～40時間の範囲から選べば十分である。また反応中においては、攪拌を行うのが好ましい。

反応系から目的生成物すなわち前記一般式(Ⅰ)で示される化合物を単離精製する方法は特に限定されず公知の方法を採用出来る。例えば反応液を冷却または自然放冷で、室温またはその近くにもどし、反応溶媒、残存するハロゲン化水素捕捉剤を留去した後、残渣をベンゼン抽出する。上記操作で、副生するハロゲン化水素とハロゲン化水素

されるクロロアセトアニリドとを反応させることによっても前記一般式(Ⅰ)で表わされる化合物を得ることが出来る。

原料となる該置換チオフェンならびに該クロロアセトアニリドは如何なる方法で得られたものでも使用出来る。また、該反応を実施する際の諸条件ならびに単離精製方法は既に述べた一般式(Ⅲ)で示される化合物とクロロアセチルハロゲニドとの反応において用いた諸条件ならびに単離精製方法とほぼ同様な条件が採用出来る。

本発明の除草剤組成物を構成する他の成分は、一般式(Ⅱ)



(但し、Yは低級アルキレン基を示し、Xは同種又は異種のハロゲン原子、ニトロ基又は炭素原子数1～4のアルキル基を示し、nは0又は1～3

の整数を示す)で示されるピラゾール誘導体である。

上記一般式(Ⅱ)中、Yで示される低級アルキレン基はメチレン基、メチルメチレン基、エチレン基、プロピレン基等の炭素原子数1~3のアルキレン基が好適に使用される。また上記一般式(Ⅱ)中、Xで示されるハロゲン原子としては、塩素、臭素、フッ素、ヨウ素の各原子が、アルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素原子数1~4のアルキル基がそれぞれ好適に使用される。更にまた上記一般式(Ⅱ)中、 α は0又は1~3の整数であり、 β が2又は3のときは、Xは同種又は異種の上記基又は原子を選ぶことが出来る。

本発明の構成成分のうち前記一般式(Ⅱ)で示されるピラゾール誘導体は例えば特開昭58-185568号公報に示される公知の化合物である。

本発明の構成成分として使用する前記一般式(Ⅱ)で示されるピラゾール誘導体はその製法の如何にかかわらず、例えば上記公知の方法で得られ

及び畑作用除草剤として広く使用される。特に水田用除草剤として本発明の除草剤組成物を使用するときは、前記相乗的效果を著しく発揮するだけでなく、極めて薬害のない特性を有し適期幅も大幅に広がる。

本発明の除草剤組成物が最も除草効果を発揮する雑草を例示すると次の通りである。

即ち、イヌビエ、タイヌビエ、タマガヤツリ、ホタルイ、ミズガヤツリ、クログワイ、マツバイコウキヤガラ、オモダカ、ヘラオモダカ、ウリカワ、ヒルムシロ、セリ、ミゾハコベ、ヒメミソハギ、キカングサ、アゼムシロ、タカサブロウ、アメリカセンダングサ、アゼナ、アゼトウガラシ等である。

本発明の除草剤組成物を除草剤として使用するときの効果的な実施態様について更に具体的に説明すると次の通りである。

本発明の除草剤組成物を水田土壌に同時に播種されたノビエと水稻に対して使用するとき、1アール当り0.1gの濃度で処理するとノビエの発芽は

るものが特に限定されず使用出来る。

本発明の除草剤組成物は、前記一般式(Ⅰ)で示されるN-置換-クロロアセトアニリドの一種又は二種以上と前記一般式(Ⅱ)で示されるピラゾール誘導体の一種又は二種以上との混合物からなる。該N-置換-クロロアセトアニリドと該ピラゾール誘導体との組成割合は広い範囲で優れた除草効果が得られるので、これら各構成成分の種類、使用形態、対象雑草等に応じて予め最適な割合を決定して使用するのがよい。一般には該N-置換-クロロアセトアニリド1重量部に対して該ピラゾール誘導体が0.1~100重量部好ましくは0.5~50重量部の範囲から選べば好適である。

本発明の除草剤組成物は、各構成成分単独の成分を除草剤にしたものと比べると、より広い範囲の雑草に対して優れた除草効果を示すだけでなく、前記有効成分の使用量が極めて少量であっても、十分に除草活性を発揮する優れた相乗効果を有する。

従って、本発明の除草剤組成物は水田用除草剤

完全に阻止されるが、水稻は100g処理した場合でも全く影響がない。従って、一般に1アール当り0.1~200g、好ましくは0.2~50gの有効成分量として水田に使用すればよい。

本発明の除草剤組成物は、雑草の発芽前および発芽後に処理しても効果を有し、土壌処理、茎葉処理においても高い効果が得られる。施用場所としては水田はもちろんのこと、各種穀類、マメ類、ワタ、そ菜類等の畑、果樹園、芝生地、牧草地、茶園、桑園、森林地、非農耕地等で広範囲に有用である。

本発明の除草剤組成物は、原体そのものを撒布しても良く、担体や必要に応じては他の捕捉剤と混合して調製した製剤として撒布しても良い。製剤形態は特に制限されず、従来公知の製剤形態が使用される。たとえば粉剤、粗粉剤、微粒剤、粒剤、水和剤、乳剤、フロアブル製剤、油懸濁剤等に調製して使用することが出来る。

本発明の除草剤組成物を製剤に調製する際に使用する固体担体、液体担体、乳化、分散等の目的

で使用する界面活性剤；補助剤等は公知のものが特に制限されず使用される。

〔発明の効果〕

本発明の除草剤組成物は、前記説明のように、また後述する実施例から明らかなように、各構成成分単独の使用結果から比べると著しく優れた数々の除草効果を示す。即ち、本発明の除草剤組成物は各構成成分の単独使用に比較して各構成成分の使用量を低減することが出来、低薬量で広い雑草に有効となる。また、本発明の除草剤組成物は、例えばノビエに対する適期幅が非常に広くなり、田植時に本発明の除草剤組成物を散布するときはノビエの25葉期程度まで適用出来、しかも雑草の抑制期を長期にすることが出来る。

〔発明の実施例〕

本発明を更に具体的に説明するため以下実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

尚、以下の実施例（配合例及び試験例）に於いては使用した化合物を“化合物A”で表示するが、

この“化合物A”の化合物はそれぞれ第1表及び第2表に示す構造式の化合物に相当するものである。

第1表

化合物A	構造式
(A)	
(B)	
(C)	

化合物A	構造式
(D)	
(E)	
(F)	

化合物A	構造式
(G)	
(H)	
(I)	

第2表

化合物 6	構 造 式
(1)	
(2)	
(3)	
(4)	

また、上記化合物のうち新規化合物である第2表に示す化合物6 1～8については次のような方法で合成し、その構造式を確認した。

合成例1

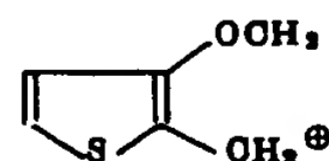
N - (2 - (3 - メトキシ) - チエニルメチル) - 2,6 - ジメチルアニリン 5.81 g (0.024 mole) をベンゼン 40 ml に溶解し、トリエチルアミン 3.10 g (0.031 mole) を加え、氷水中に設置した。次いでクロルアセチルクロリド 3.19 g (0.028 mole) のベンゼン溶液 (15 ml) を徐々に添加した。3時間攪拌した後、50℃で3時間加熱した。該反応混合物を室温に冷却した後、水 50 ml、2 N - 塩酸 50 ml、続いて水 50 ml によって順次洗浄し、ベンゼン層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した。ベンゼンを減圧下で留去した後、残渣を真空蒸留し、沸点 172℃ / 0.15 mmHg の淡黄色固体 5.03 g を得た。このものの赤外スペクトルを測定した結果、3100 ~ 2800 cm^{-1} に O - H 結合に基づく吸収、1670 cm^{-1} にアミド基のカルボニル結合に基づく強い吸

化合物 6	構 造 式
(5)	
(6)	
(7)	
(8)	

収を示した。

その元素分析値は、C 59.20%、H 5.64%、N 4.37% であって、組成式 $\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{NSO}_2\text{O}$ (323.84) に対する計算値である C 59.33%、H 5.61%、N 4.33% に良く一致した。

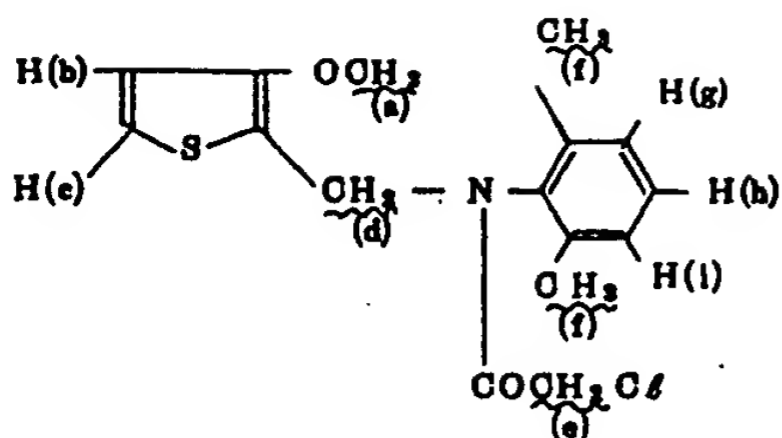
また、質量スペクトルを測定したところ、 m/e 323 に分子量に対応する分子イオンピーク、 M^+ 、 m/e 288 に $M^+ - \text{O}$ に対応するピーク、 m/e 246 に $M^+ - \text{COOCH}_2\text{O}$ に対応するピーク、 m/e 127 (100%) に



に対応する各ピークを示

した。

さらに、 ^1H - 核磁気共鳴スペクトル (δ ; ppm : テトラメチルシラン基準、重クロロホルム溶液) を測定した。その解析結果は次のとおりである。



1.95 ppm にプロトン 6 個分の単一線を示し、フェニル基の 2 及び 6 位に置換した (f) のメチルプロトンに相当する。3.50 ppm にプロトン 3 個分の単一線を示し、(a) のメチルプロトンに相当する。3.72 ppm にプロトン 2 個分の単一線を示し、(e) のメチレンプロトンに相当する。4.75 ppm にプロトン 2 個分の単一線を示し、(d) のメチレンプロトンに相当する。6.55 ppm にプロトン 2 個分の四重線を示し、(b) 及び (c) のチオフエン環のプロトンに相当する。7.00 ~ 7.45 ppm にプロトン 3 個分の多重線を示し、(g), (h), 及び (i) のベンゼン環のプロトンに相当する。

上記の結果から、単離生成物が N - [2' - (3'

定したところ、 $3100 \sim 2800 \text{ cm}^{-1}$ に O-H 結合に基づく吸収、 1670 cm^{-1} にアミド基のカルボニル結合に基づく強い吸収を示した。その元素分析値は C 62.21%, H 6.61%, N 3.90% であって、組成式 $\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}\text{SO}_2$ (365.92) に対する計算値である C 62.36%, H 6.62%, N 3.84% に良く一致した。

また、質量スペクトルを測定したところ、 m/e 365 に分子量に対応する分子イオンピーク、 M^+ , m/e 330 に $M^+ - \text{O}$ に対応するピーク、 m/e 288 に $M^+ - \text{OCH}_2\text{O}$ に対応するピーク、 m/e 141 (100%) に

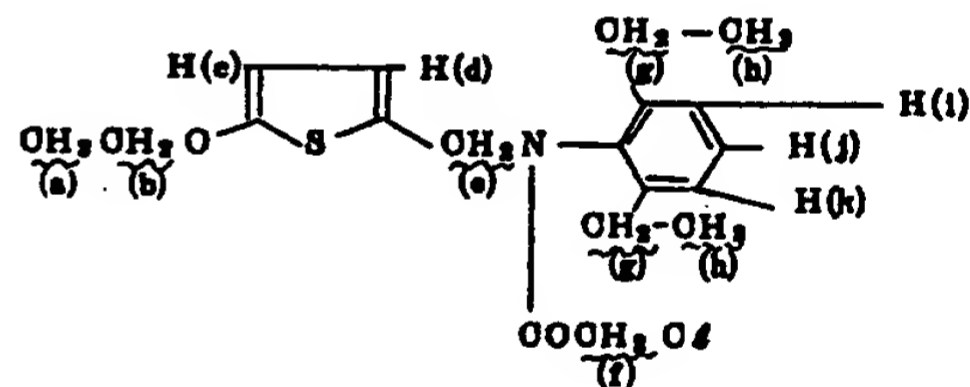
$\text{O}_2\text{H}_5\text{O}$ OH_2^+ に対応する各ピークを示した。

さらに、 ^1H -核磁気共鳴スペクトル (δ ; ppm: テトラメチルシラン基準、重クロロホルム溶液) を測定した。その解析結果は次の通りである。

-メトキシ)-チエニルメチル)-N-クロロアセト-2,6-ジメチルアニリドであることが明らかとなった。収率は N - [2' - (3' -メトキシ)-チエニルメチル]-2,6-ジメチルアニリンに対し、66.2% (0.016 mole) であった。

合成例 2

2,6-ジエチル-N-クロロアセトアニリド 2.71 g (0.012 mole)、2-クロロメチル-5-エトキシチオフエン 2.12 g (0.012 mole) と炭酸カリウム 0.83 g (6.0×10^{-2} mole) を N,N-ジメチルホルムアミド (以下 DMF と略す。) 50 ml 中に加え、撹拌した。該反応混合物を 100°C で 3 時間加熱した後、室温で 1 時間撹拌した。沈澱した塩化カリウムを濾別した後、濾液中の DMF を減圧下で留去し、残渣に水 100 ml を加え、エーテル抽出した。エーテル層を無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧下でエーテルを留去した。残渣を真空蒸留することにより、沸点 $182^\circ\text{C}/0.30 \text{ mmHg}$ の黄色粘稠液体 3.50 g を得た。このものの赤外スペクトルを測



1.15 ppm にプロトン 6 個分の三重線を示し、フェニル基の 2, 6 位に置換したエチル基の (h) のメチルプロトンに相当する。1.40 ppm にプロトン 3 個分の三重線を示し、チオフエン環に置換したエトキシ基の (a) のメチルプロトンに相当する。2.39 ppm にプロトン 4 個分の四重線を示し、フェニル基の 2, 6 位に置換したエチル基の (g) のメチレンプロトンに相当する。3.66 ppm にプロトン 2 個分の単一線を示し、(f) のメチレンプロトンに相当する。4.04 ppm にプロトン 2 個分の四重線を示し、チオフエン環に置換したエトキシ基の (b) のメチレンプロトンに相当する。4.75 ppm にプロトン 2 個分の単一線を示し、チオフエン環に隣接した (e) のメチレンプロトンに相当する。5.95

ppm にプロトン 1 個分の二重線を示し、チオフェン環上の (c) のプロトンに相当する。6.39 ppm にプロトン 1 個分の二重線を示し、チオフェン環上の (d) のプロトンに相当する。7.10 ~ 7.40 ppm に多重線を示し、(i), (j), 及び (k) のベンゼン環のプロトンに相当する。


上記の結果から、単離生成物が N - [2' - (5' - エトキシ) - チエニルメチル] - N - クロロアセト - 2, 6 - ジエチルアニリドであることが明らかとなった。収率は 2, 6 - ジエチル - N - クロロアセトアニリドに対し 79.7% (9.57×10^{-3} mole) であった。

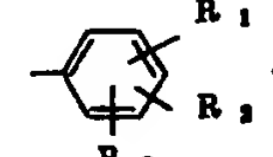
合成例 3

合成例 1 における N - [2' - (3' - メトキシ) - チエニルメチル] - 2, 6 - ジメチルアニリンの代わりに N - [2' - (5' - ブロム) - チエニルメチル - 2, 6 - ジメチルアニリン 1.81 g (6.14×10^{-3} mole) を用いた以外は、実施例 1 と同様に反応させ後処理を行い、カラムクロマトにて精製し、黄色固体 1.13 g を得た。この

かとなった。収率は N - [2' - (5' - ブロム) - チエニルメチル] - 2, 6 - ジメチルアニリンに対し、49.5% (3.04×10^{-3} mole) であった。

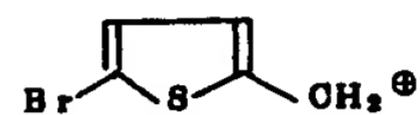
合成例 4

合成例 1 ~ 3 において詳細に記述したのと同様な方法により、第 3 表に記載した N - 置換 - クロロアセトアニリドを合成した。なお第 3 表には合成した N - 置換 - クロロアセトアニリド化合物の態様、物性 (沸点)、赤外吸収スペクトルにおける特性吸収値、及び元素分析結果をも併せて略記した。また、第 3 表に於ける化合物の表示は前記一般式 (I) の「A -  基」を「D」とし、

同じく「 基」を「B」として示した。

ものの赤外スペクトルを測定した結果、 $3110 \sim 2900 \text{ cm}^{-1}$ に C-H 結合に基づく吸収、 1670 cm^{-1} にアミド基のカルボニル結合に基づく強い吸収を示した。その元素分析値は C 48.43%, H 4.05%, N 3.99% であって、 $\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{SOBrO}_2$ (372.71) に対する計算値である C 48.20%, H 4.32%, N 3.75% に良く一致した。

また、質量スペクトルを測定したところ、 m/e 371 に分子量に対応する分子イオンピーク、 M^+ , m/e 336 に $M^+ - \text{O}$ に対応するピーク、 m/e 293 に $M^+ - \text{OOCH}_2\text{O}$ に対応するピーク、 m/e 143 (100%) に


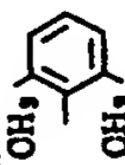

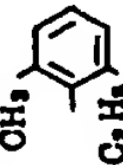

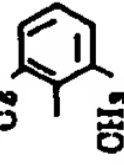

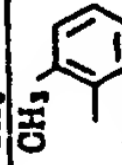

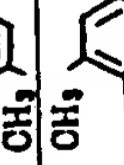


に対応する各ピークを示した。

さらに、 ^1H - 核磁気共鳴スペクトルについては、明細書中に具体例として示したとおりである。

上記の結果から、単離生成物が N - [2' - (5' - ブロム) - チエニルメチル] - N - クロロアセト - 2, 6 - ジメチルアニリドであることが明らか

第 3 表

No.	D - CH ₂ - N - B OOCH ₂ Cl		題 樣	物 性 (沸点)	ν (cm^{-1}) (O=O)	元 素 分 析 値 (%)			
	D	B				実験値 (欄上部の値) 理論値 (欄下部の値)		C	H
1			黄色固体	165℃/ 0.30mmHg	1675	59.20 59.33	5.64 5.61	4.37 4.33	
2			淡 黄 色 粘稠液体	174℃/ 0.25mmHg	1670	61.90 60.43	6.04 5.98	4.09 4.15	
3			淡 黄 色 粘 固	165℃/ 0.10mmHg	1670	52.92 52.33	4.40 4.40	4.25 4.04	
4			黄色固体	175℃/ 0.20mmHg	1680	54.91 54.88	4.71 4.62	4.31 4.27	
5			淡 黄 色 粘稠液体	158℃/ 0.25mmHg	1680	56.84 56.14	5.16 5.02	4.32 4.09	

次に具体的に本発明を説明するため以下製剤の配合例及び試験例を示すが、本発明はこれらの配合例及び試験例に限定されるものではない。但し、以下の配合例及び試験例に於ける「部」は重量部を示し、使用した化合物はそれぞれ第1表及び第2表に示す構造式の化合物を“化合物A”で表示した。

配合例1 粒 剤

化 合 物 (A)	5 部
化 合 物 (1)	1 部
ベントナイト	54 部
タ ル ク	40 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し、乾燥して粒剤にする。

配合例2 粒 剤

化 合 物 (A)	4 部
化 合 物 (3)	2 部
ベントナイト	53 部
タ ル ク	41 部

配合例5 粒 剤

化 合 物 (C)	4 部
化 合 物 (1)	0.8 部
ベントナイト	55.2 部
タ ル ク	40 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例6 粒 剤

化 合 物 (C)	2 部
化 合 物 (6)	2 部
ベントナイト	56 部
タ ル ク	40 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例7 粒 剤

化 合 物 (D)	5 部
化 合 物 (5)	3 部
ベントナイト	52 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例3 粒 剤

化 合 物 (B)	4 部
化 合 物 (6)	1 部
ベントナイト	55 部
タ ル ク	40 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例4 粒 剤

化 合 物 (B)	5 部
化 合 物 (4)	2 部
ベントナイト	53 部
タ ル ク	40 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

タ ル ク	40 部
-------	------

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例8 粒 剤

化 合 物 (D)	2.5 部
化 合 物 (2)	2.5 部
ベントナイト	55 部
タ ル ク	40 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例9 粒 剤

化 合 物 (E)	3 部
化 合 物 (7)	2 部
ベントナイト	55 部
タ ル ク	40 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例 1 0	粒 剤	
化 合 物 (E)	...	4 部
化 合 物 (1)	...	0.5 部
ベントナイト	...	5 5.5 部
タ ル ク	...	4 0 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例 1 1	粒 剤	
化 合 物 (F)	...	4 部
化 合 物 (7)	...	1 部
ベントナイト	...	5 5 部
タ ル ク	...	4 0 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例 1 2	粒 剤	
化 合 物 (F)	...	4 部
化 合 物 (2)	...	2 部
ベントナイト	...	5 4 部

配合例 1 5	粒 剤	
化 合 物 (H)	...	4 部
化 合 物 (3)	...	1 部
ベントナイト	...	5 5 部
タ ル ク	...	4 0 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例 1 6	粒 剤	
化 合 物 (H)	...	4 部
化 合 物 (3)	...	1.5 部
ベントナイト	...	5 4.5 部
タ ル ク	...	4 0 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例 1 7	粒 剤	
化 合 物 (I)	...	2.5 部
化 合 物 (2)	...	3 部
ベントナイト	...	5 4.5 部

タ ル ク	...	4 0 部
-------	-----	-------

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例 1 3	粒 剤	
化 合 物 (G)	...	3 部
化 合 物 (8)	...	1.5 部
ベントナイト	...	5 5.5 部
タ ル ク	...	4 0 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例 1 4	粒 剤	
化 合 物 (G)	...	5 部
化 合 物 (6)	...	1.5 部
ベントナイト	...	5 3.5 部
タ ル ク	...	4 0 部

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

タ ル ク	...	4 0 部
-------	-----	-------

以上を均一に混合粉碎した後、少量の水を加えて、攪拌混合捏和し、押出式造粒機で造粒し乾燥して粒剤にする。

配合例 1 8	乳 剤	
化 合 物 (A)	...	1 0 部
化 合 物 (1)	...	5 部
キシレン	...	7 5 部
カワカゾール 2号	...	1 0 部
(芳香族系高沸点溶剤；川崎化成工業(株) 商品名)		
ソルポール 2680	...	5 部
(非イオン性界面活性剤とアニオン性界面活性剤との混合物；東邦化学(株) 商品名)		

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 1 9	乳 剤	
化 合 物 (F)	...	2 0 部
化 合 物 (1)	...	6 部
キシレン	...	6 4 部
カワカゾール 2号	...	1 0 部
ソルポール 2680	...	5 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 0 乳 剤

化 合 物 (A)	… … … … …	2 0 部
化 合 物 (2)	… … … … …	1 0 部
キ シ レ ン	… … … … …	5 0 部
カワカゾール 2号	… … … … …	1 0 部
ソルポール 2680	… … … … …	5 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 1 乳 剤

化 合 物 (B)	… … … … …	3 0 部
化 合 物 (3)	… … … … …	5 部
キ シ レ ン	… … … … …	5 0 部
カワカゾール 2号	… … … … …	1 0 部
ソルポール 2680	… … … … …	5 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 2 乳 剤

化 合 物 (C)	… … … … …	1 0 部
化 合 物 (4)	… … … … …	6 部
キ シ レ ン	… … … … …	6 9 部
カワカゾール 2号	… … … … …	1 0 部

(カナリン系クレー；ジークライト工業 (株) 商品名)

ソルポール 5039	… … … … …	2 部
------------	-----------	-----

(非イオン性界面活性剤とアニオン性界面活性剤との混合物；東邦化学 (株) 商品名)

カープレックス (固結防止剤)	… … … … …	2 部
-----------------	-----------	-----

(ホワイトカーボン；塩野義製薬 (株) 商品名)

以上を均一に混合粉砕して水和剤とする。

配合例 2 6 乳 剤

化 合 物 (D)	… … … … …	2 0 部
化 合 物 (3)	… … … … …	1 0 部
ジークライト A	… … … … …	5 6 部
ソルポール 5039	… … … … …	2 部
カープレックス	… … … … …	2 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 7 乳 剤

化 合 物 (E)	… … … … …	1 0 部
化 合 物 (5)	… … … … …	1 0 部
ジークライト A	… … … … …	7 6 部
ソルポール 5039	… … … … …	2 部
カープレックス	… … … … …	2 部

ソルポール 2680	… … … … …	5 部
------------	-----------	-----

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 3 乳 剤

化 合 物 (F)	… … … … …	1 5 部
化 合 物 (6)	… … … … …	1 0 部
キ シ レ ン	… … … … …	6 0 部
カワカゾール 2号	… … … … …	1 0 部
ソルポール 2680	… … … … …	5 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 4 乳 剤

化 合 物 (I)	… … … … …	2 0 部
化 合 物 (8)	… … … … …	8 部
キ シ レ ン	… … … … …	5 7 部
カワカゾール 2号	… … … … …	1 0 部
ソルポール 2680	… … … … …	5 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 5 水和剤

化 合 物 (A)	… … … … …	3 0 部
化 合 物 (1)	… … … … …	1 0 部
ジークライト A	… … … … …	5 6 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 8 乳 剤

化 合 物 (G)	… … … … …	1 5 部
化 合 物 (6)	… … … … …	1 0 部
ジークライト A	… … … … …	7 1 部
ソルポール 5039	… … … … …	2 部
カープレックス	… … … … …	2 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

配合例 2 9 乳 剤

化 合 物 (H)	… … … … …	3 0 部
化 合 物 (7)	… … … … …	1 5 部
ジークライト A	… … … … …	5 1 部
ソルポール 5039	… … … … …	2 部
カープレックス	… … … … …	2 部

以上を均一に混合して乳剤とする。

試験例 1 湛水条件における除草効果試験

1 / 5 0 0 0 アールのワグネルボット中に沖積土壌を入れたのち、水を入れて混合し水深 2 cm の湛水条件とした。

タイムピエ、広葉雑草 (コナギ、アゼナ、キカ

シグサ)、ホタルイのそれぞれの種子を上記のポットに混播し、更にウリカワ塊茎、ミズガヤツリ塊茎を置床した。さらに2.5葉期の稲苗を移植し、ポットを20～25℃の温室内に置いて、植物を育成し、播種後7日目、ヒエが1葉期の時期に所定量の薬剤量になるように薬剤希釈液をメスピベットで滴下処理した。

薬液滴下後3週間目に各種雑草に対する除草効果を下記の判定基準に従い調査した。

結果は第4表に示す。

判定基準

- 5 … 殺草率90%以上(ほとんど完全枯死)
 4 … “ 70～90%
 3 … “ 40～70%
 2 … “ 20～40%
 1 … “ 5～20%
 0 … “ 5%以下(ほとんど効力なし)

但し、上記の殺草率は、薬剤処理区の地上部生草重および無処理区の地上部生草重を測定して下記の式により求めたものである。

$$\text{殺草率(\%)} = \left(1 - \frac{\text{処理区の地上部生草重}}{\text{無処理区の地上部生草重}} \right) \times 100$$

以下空白



第 4 表

化合物 名	有効成分の 処理量 g/㎡	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ ツ リ
[A]	1.25	4	4	5	5	5
	0.625	2	2	3	3	4
[B]	1.25	4	4	5	5	5
	0.625	2	2	3	3	4
[C]	1.25	4	4	5	5	5
	0.625	2	2	3	3	4
[D]	1.25	3	4	5	5	5
	0.625	1	2	3	4	4
[E]	1.25	4	4	5	5	5
	0.625	2	2	3	4	4
[F]	1.25	4	4	5	5	5
	0.625	2	2	3	3	4
[G]	1.25	4	4	5	5	5
	0.625	2	2	3	4	4
[H]	1.25	4	4	5	5	5
	0.625	2	2	3	3	4
[I]	1.25	4	4	5	5	5
	0.625	2	2	3	4	4

化合物 名	有効成分の 処理量 g/㎡	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ ツ リ
(1)	1.0	5	4	4	0	3
	0.5	5	3	3	0	1
(2)	2.0	5	3	3	0	3
	1.0	5	2	2	0	2
(3)	2.0	5	4	4	0	4
	1.0	5	3	3	0	2
(4)	2.0	5	4	4	0	3
	1.0	5	3	3	0	2
(5)	2.0	5	3	3	0	3
	1.0	5	2	2	0	2
(6)	1.0	5	3	4	0	3
	0.5	5	2	3	0	2
(7)	2.0	5	3	3	1	3
	1.0	5	2	2	0	2
(8)	2.0	5	4	4	0	3
	1.0	5	3	3	0	2

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ シ
[A]+(1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[A]+(3)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[A]+(4)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[A]+(6)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[A]+(8)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[B]+(1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ シ
[B]+(2)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[B]+(5)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[B]+(7)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[C]+(1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[C]+(2)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[C]+(4)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ シ
[C]+(6)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[D]+(1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[D]+(3)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[D]+(5)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[D]+(7)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[E]+(1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ シ
[E]+(4)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[E]+(6)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[E]+(7)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[F]+(1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[F]+(3)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[F]+(4)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5

化合物 No	有効成分の 処理量 g/a	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ シ
[F] + (6)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25 +0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[F] + (8)	0.625 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[G] + (1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25 +0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[G] + (2)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[G] + (5)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[G] + (7)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5

化合物 No	有効成分の 処理量 g/a	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ シ
[H] + (1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25 +0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[H] + (3)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[H] + (4)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
[H] + (6)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25 +0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[I] + (1)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25 +0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[I] + (4)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5

化合物 No	有効成分の 処理量 g/a	ノ ビ エ	広 葉 雑 草	ホ タ ル イ	ウ リ カ ワ	ミ ズ ガ ヤ シ
[I] + (6)	0.625+0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
	1.25 +0.5	5	5	5	5	5
	+1.0	5	5	5	5	5
[I] + (7)	0.625+1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5
	1.25 +1.0	5	5	5	5	5
	+2.0	5	5	5	5	5

結果は第5表に示す。

$$\text{殺草率}(\%) = \left(1 - \frac{\text{処理区の地上部生草重}}{\text{無処理区の地上部生草重}} \right) \times 100$$

評点	殺草率
0	0 ~ 9 %
1	10 ~ 19 %
2	20 ~ 29 %
3	30 ~ 39 %
4	40 ~ 49 %
5	50 ~ 59 %
6	60 ~ 69 %
7	70 ~ 79 %
8	80 ~ 89 %
9	90 ~ 99 %
10	100 %

試験例2

内径8cmのポリエチレン製ポットに水田土壌を充填し、水田状態でタイヌビエを育成し、ヒエの2葉期に水和剤に製剤した各所定量の薬剤を湛水土壌処理した。

ポットは25~30℃の温室内に置いて管理育成し、処理後30日目に残存しているヒエの地上部生草重および無処理区の地上部生草重を測定し、下記の式により殺草率(%)を算出した。

第 5 表

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
(1)	0.5	5
	0.25	3
(2)	1.0	4
	0.5	2
(3)	1.0	4
	0.5	3
(4)	1.0	4
	0.5	2
(5)	1.0	4
	0.5	2
(6)	0.5	5
	0.25	3
(7)	1.0	4
	0.5	2
(8)	1.0	4
	0.5	2

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[A]	5	6
	2.5	4
	1.25	2
[B]	5	6
	2.5	3
	1.25	2
[C]	5	5
	2.5	3
	1.25	2
[D]	5	5
	2.5	3
	1.25	1
[E]	5	4
	2.5	3
	1.25	1
[F]	5	6
	2.5	3
	1.25	2

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[G]	5	4
	2.5	3
	1.25	1
[H]	5	4
	2.5	3
	1.25	1
[I]	5	5
	2.5	3
	1.25	2

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[A] + (1)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[A] + (3)	1.25 + 0.5	8
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[A] + (4)	1.25 + 0.5	8
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[A] + (6)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	10
	+ 0.5	10
[B] + (1)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[B] + (2)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	8
	+ 1.0	9
[B] + (5)	1.25 + 0.5	8
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[B] + (7)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	8
	+ 1.0	9
[C] + (1)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[C] + (3)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[C] + (6)	1.25 + 0.25	7
	+ 0.5	8
	2.5 + 0.25	10
	+ 0.5	10
[C] + (8)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	8
	+ 1.0	9
[D] + (1)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[D] + (4)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[D] + (6)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	10
	+ 0.5	10

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[D] + (7)	1.25 + 0.5	8
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	10
	+ 1.0	10
[E] + (1)	1.25 + 0.25	7
	+ 0.5	8
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[E] + (2)	1.25 + 0.5	8
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[E] + (5)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[E] + (7)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10

化合物 名	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[F] + (1)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[F] + (6)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[F] + (7)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[F] + (8)	1.25 + 0.5	8
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	10
	+ 1.0	10
[G] + (2)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10

化合物 A	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[3] + (3)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	8
	+ 1.0	9
[3] + (6)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[3] + (7)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	8
	+ 1.0	9
[3] + (1)	1.25 + 0.25	7
	+ 0.5	8
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[3] + (5)	1.25 + 0.5	8
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	10
	+ 1.0	10

化合物 A	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[3] + (6)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	10
	+ 0.5	10
[3] + (8)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[3] + (1)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	9
	+ 0.5	10
[3] + (3)	1.25 + 0.5	8
	+ 1.0	9
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10
[3] + (4)	1.25 + 0.5	7
	+ 1.0	8
	2.5 + 0.5	9
	+ 1.0	10

化合物 A	有効成分の 処理量 g/a	除草効果
		実測値
[3] + (6)	1.25 + 0.25	8
	+ 0.5	9
	2.5 + 0.25	10
	+ 0.5	10

個々の活性化合物は、その除草活性にそれぞれ欠点を示す場合が多くあるが、その場合2種の活性化合物を組合わせた場合の除草活性が、その2種の化合物の各々の活性の単純な合計（期待される活性）よりも大きくなる場合にこれを相乗作用という。

2種の除草剤の特定組合わせにより期待される活性は、次の様にして計算することができる。
（Colby, S. R. 除草剤の組合わせの相乗および拮抗反応の計算「Weed」Vol. 15. 20～22頁、1967年を参照）：

$$E = X + Y - \frac{X \cdot Y}{100}$$

X：除草剤Aをa g/アールの量で処理した時

の抑制率

Y：除草剤Bをb g/アールの量で処理した時の抑制率

E：除草剤Aをa g/アール、除草剤Bをb g/アールで使用した場合に期待される抑制率

即ち、実際の抑制率が上記計算のE値より大きいならば、組合わせによる活性は相乗作用を示すといふことができる。

代理人 弁理士 高 月 亨